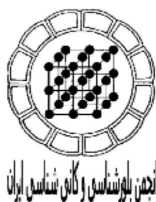
مجله بلورشناسی و کانی شناسی ایران

مقاله پژوهشی

سال سی‌ام، شمارهٔ دوم، تابستان ۱۴۰۱، از صفحهٔ ۳۲۷ تا ۳۳۶



اثر غلظت سود بر نانوذرات اکسید کبالت تهیه شده به روش هم رسوبی با مایع یونی بر پایه پیریدینیوم

میترا دربند[۱،۲]، الهام طحان پسر*[۲]، رشید بدری[۲،۳]، هاله ثنایی شعار[۲]

۱- گروه شیمی، پردیس علوم و تحقیقات خوزستان، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران

۲- گروه شیمی، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران

۳- گروه شیمی، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران، اهواز، ایران

(دریافت مقاله: ۱۴۰۰/۷/۳، نسخه نهایی: ۱۴۰۰/۸/۳۰)

چکیده: در این پژوهش، نانوذرات اکسید کبالت به روش هم رسوبی با مایع یونی -N اکتیل پیریدینیوم برمید [OPy][Br] در محیط آبی با تغییر غلظت NaOH تهیه شدند. ویژگی‌های نانوذرات تهیه شده با طیف سنج تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR)، پراش سنج پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی اثر میدانی (FE-SEM)، مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM) و طیف‌سنج مرئی-فرابنفش (UV-Vis) بررسی گردیدند. براساس نتایج XRD، با افزایش غلظت NaOH، اندازه متوسط بلورک‌ها کاهش یافت که در این جا، کوچکترین ذرات با استفاده از ۳ میلی مول NaOH به دست آمدند. بر پایه تصاویر FE-SEM، ذرات دارای ریخت کروی و صفحه مانند هستند. نمونه با کوچکترین اندازه بلورک‌ها دارای بالاترین انرژی گاف نواری برابر با ۳/۰۱ الکترون ولت است. نتایج VSM نمونه‌ها نشان داد که همه آنها ماهیت فرومغناطیسی دارند و مقدار مغناطش اشباع با کاهش اندازه ذرات کاهش یافته است.

واژه‌های کلیدی: *نانوساختار اکسید کبالت؛ N-اکتیل پیریدینیوم برماید؛ هم رسوبی؛ تقطیر در محیط آبی.*

مقدمه

در سال‌های اخیر، به دلیل ویژگی‌های مختلف مواد در مقیاس نانو در مقایسه با مواد کپه‌ای، تمایل به سنتز این مواد افزایش یافته است. ویژگی‌های بی‌مانند این مواد چون مشخصه‌های نوری، مغناطیسی و کاتالیزوری بسیار وابسته به اندازه، شکل و ساختار آنهاست. در میان نانومواد مختلف، نانوساختارهای اسپینل اکسید کبالت نیمرسانا هستند که به دلیل ویژگی‌های جذاب و کاربردهای گسترده در زمینه‌های مختلف از جمله سیستم‌های الکتروشیمیایی [۱]، حسگرهای گاز [۲]، کاتالیزور-های ناهمگن [۳]، مواد مغناطیسی [۴]، باتری‌های یونی - لیتیوم [۵] اهمیت بسیاری دارند. به تازگی، مایع‌های یونی (IL) به دلیل ویژگی‌های بی مانند و کاربردهای ممکن، انقلابی در مراکز پژوهشی و صنایع شیمیایی به پا کرده‌اند. مایع‌های یونی به عنوان نمک‌های آلی با نقطه ذوب زیر ۱۰۰ درجه سانتیگراد در بسیاری از فرآیندهای صنعتی و شیمی سبز استفاده شده‌اند [۶]. آنها به دلیل ویژگی‌های بی مانند از جمله هدایت یونی بالا، قطبی بودن، چگالی بار، پایداری دمایی بالا، فشار بخار ناچیز، سمیت کم، توانایی حل شدن با انواع مواد و قابلیت بازیافت توجه بسیاری از پژوهشگران را به خود جلب نموده‌اند. فشار بخار پایین و غیر قابل اشتعال بودن این ترکیب-ها باعث شده است که به راحتی بتوان واکنش را در دمای بالا و در خلأ انجام داد. همچنین کشش سطحی پایین به عنوان ویژگی بسیاری از مایع‌های یونی سبب افزایش سرعت هسته-زایی و در نتیجه ایجاد ذرات با اندازه کوچکتر می‌شود. همچنین مایع‌های یونی می‌توانند هم به عنوان گونه الکترونی و هم تثبیت کننده فضایی، رشد نانو ذرات را به تنهایی کاهش دهند.

*نویسنده مسئول، تلفن: ۰۹۱۶۳۴۰۳۱۷۵، نمابر: ۰۶۱۳۳۳۲۹۲۰۰، پست الکترونیکی: Etahanpesar@iauahvaz.ac.ir

[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]

[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]

مایع‌های یونی به دلیل وجود کاتیون و آنیون می‌توانند یک پوسته الکتروستاتیکی پیرامون نانوذرات تشکیل دهند که باعث جلوگیری از کلوخه‌ای شدن نانوذرات می‌شود. افزون بر این، نانوذرات با پیوند کئوردینانسی از طریق کاتیون یا آنیون (پیوند یونی یا کووالانسی) پایدار می‌شوند. کاتیون یا آنیون با زنجیر آلکیل طولانی باعث پایداری نانوذرات در محلول می‌شود. کشش سطحی پایین مایع‌های یونی امکان کنترل ریختار نانوذرات در محیط مایع یونی را فراهم می‌کند [۷]. بنابراین مایع‌های یونی به عنوان یک گروه از حلال‌های نوظهور می‌توانند محیط مایع جدیدی برای سنتز سبز باشند. این ترکیب‌ها می‌توانند به عنوان حلال برای واکنش دهنده‌ها، واکنشگر کاهنده و همچنین الگو برای سنتز نانومواد به طور همزمان عمل کنند. مراحل پیشنهاد شده برای سنتز نانوذرات با استفاده از مایع یونی در بردارنده واکنش‌های تمیز، سبز، بدون هیچ فراورده جانبی و واکنش اضافی هستند. این رفتار امکان تولید نانو مواد معدنی مختلفی را با ویژگی‌های جدید یا بهبود یافته فراهم کرده است [۸-۱۲]. در سنتز نانوساختارهای اکسید فلزی عوامل مختلفی چون روش ساخت، غلظت پیش ماده، نوع پیش ماده، مدت زمان، غلظت NaOH به کار رفته، در نبود یا با وجود مایع یونی و همچنین ساختار مایع‌های یونی بصورت مستقل و جمعی بر شکل، اندازه، ویژگی‌های نوری و مغناطیسی آنها اثر دارد [۱۲]. از این رو، با توجه به اثر شکل و اندازه ذرات بر ویژگی‌های مواد، تلاش برای دستیابی به روش‌های نوین برای تولید نانو ذرات اکسید کبالت با اندازه و شکل قابل کنترل ضروری است. بررسی بسیاری از گزارش‌های مهم نشان می‌دهد که غلظت NaOH نقش کلیدی در تعیین ریختار، اندازه و در نتیجه ویژگی‌های نوری نانوساختارهای به‌دست‌آمده دارد، به طوری‌که اندازه نانوساختارها به طور مستقیم با غلظت NaOH متناسب است [۱۳-۱۵]. بسیاری از روش‌های ساخت از جمله تجزیه گرمایی، روش شیمیایی مرطوب، رسوب الکتروشیمیایی و سل- ژل برای تهیه نانو ذرات اکسید کبالت به کار رفته‌اند [۹، ۱۶-۱۸]. با این حال، برخی از روش‌های گزارش شده مشکل‌هایی چون دمای به نسبت بالا، استفاده از ابزارهای ویژه یا بازده کم فراورده دارند. از این میان، روش هم رسوبی به دلیل سادگی، بی نیازی از دستگاه‌های مجهز و مواد اولیه گران قیمت و امکان انجام در هر آزمایشگاهی روشی مقرون به صرفه و مناسب است. از این رو، در این پژوهش، برای نخستین بار از مایع یونی بر پایه پیریدینیوم (N- اکتیل پیریدینیوم برمید [OPy] [Br]) برای سنتز نانو ذرات اکسید کبالت به روش هم رسوبی استفاده شد و اثر غلظت NaOH به عنوان عامل رسوب دهنده بر ویژگی‌های ساختاری، مغناطیسی و نوری آنها بررسی گردید.

روش پژوهش

مواد استفاده شده

همه مواد شیمیایی استفاده شده در این پژوهش شامل پیریدین، ۱-برمو اکتان، اتانول ۹۶٪ و نیترات کبالت (II) شش آبه، $Co(NO_3)_2.6H_2O$، 99.9% از نمایندگی شرکت مرک آلمان خریداری شدند.

سنتز مایع یونی N-اکتیل پیریدینیوم برماید [OPy] [Br]

نخست مقدار ۸/۰۵۴ mL (۰/۱ mol) پیریدین در بالن سه دهانه ریخته وسپس مقدار ۳۴/۷۸ mL (۰/۱ mol) از ترکیب ۱- برمو اکتان به آن اضافه شد (نسبت ۱:۱). مخلوط واکنش به مدت ۷ ساعت در حضور گاز ازت تقطیر گردید. پس از تکمیل واکنش، مایع یونی به دست آمده ۵ بار و هر بار با ۱۰ mL دی اتیل اتر شسته شد و سرانجام در خلا قرارگرفت [۱۹]. ساختار مایع یونی سنتز شده در طرح ۱ نشان داده شده است.

سنتز نانو ذرات اکسید کبالت با استفاده از مایع یونی

نخست مقدار مشخصی از NaOH (۱، ۲ و ۳ میلی مول) در ۱۰mL آب دو بار تقطیر درون بشر حل شد و به شدت هم زده شد. سپس مایع یونی (۰/۵ میلی مول، ۰/۱۳۶گرم) و نیترات کبالت ۶ آبه (۰/۵ میلی مول، ۰/۱۴۵ گرم) به این مخلوط اضافه و کاملا هم زده شد (نسبت مولی $NaOH : Co(NO_3)_2{\cdot}6H_2O$ به ترتیب ۲:۱، ۴:۱ و ۶:۱ است). سوسپانسیون به دست آمده به بالن ته گرد انتقال داده شد و به مدت ۲۴ ساعت تقطیر (۱۰۰ °C) گردید. پس از سرد شدن و رسیدن به دمای محیط، رسوب به دست آمده صاف شده و چند بار با آب دو بار تقطیر و اتانول ۹۶٪ شستشو و سانتریفیوژ شد. رسوب به دست آمده در دمای اتاق خشک و سپس در دمای ۴۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳ ساعت تکلیس گردید. سرانجام پودر نرم سیاه رنگی بدست آمد (۰/۰۱۱ گرم و بازده ۸۹٪) که پس از انجام آزمایش ها به عنوان نانو ذرات اکسید کبالت (Co_3O_4) شناسایی شدند.

[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]
[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]

[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]
[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]

مشخصه‌یابی نمونه‌ها

برای تهیه تصاویر نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی اثر میدانی (FE-SEM) استفاده شـد. ساختار آنها با طیف‌سنج تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR) Vector 22 Bruker بررسی گردید. میانگین اندازه بلورک‌ها با داده‌های پراش‌سنج پرتـو ایکس (XRD) مدل Bruker D8 Advanced با تابش CuKα و طول موج $\lambda=$ ۱/۵۴۰۶ Å در گستره ۲θ برابر با ۸۰-۲۰ با سـرعت روبـش 5 deg/min تعیین شد. برای بررسی ویژگی‌های مغناطیسـی نمونه‌های تهیه شده از مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM)، ساخت شرکت مغناطیس دقیق کویر کاشان استفاده شد. ویژگی‌های نوری با طیف سنج مرئی- فرابنفش (UV-Vis) مدل 06484 در آزمایشگاه تحقیقاتی گروه شیمی دانشگاه آزاد واحد اهواز بررسی گردید.

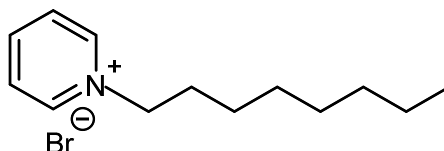
بحث و بررسی

نخست آزمایش‌هایی با استفاده از مایع یونی به‌عنوان الگو انجام شد و نانوذرات اکسید کبالت به روش تقطیر سنتز شدند. برای سادگی حروف الف، ب و پ به ترتیب برای نشان دادن نسبت مولی NaOH به نیترات کبالت ۶ آبه ۱:۲، ۱:۴ و ۱:۶ انتخاب شدند.

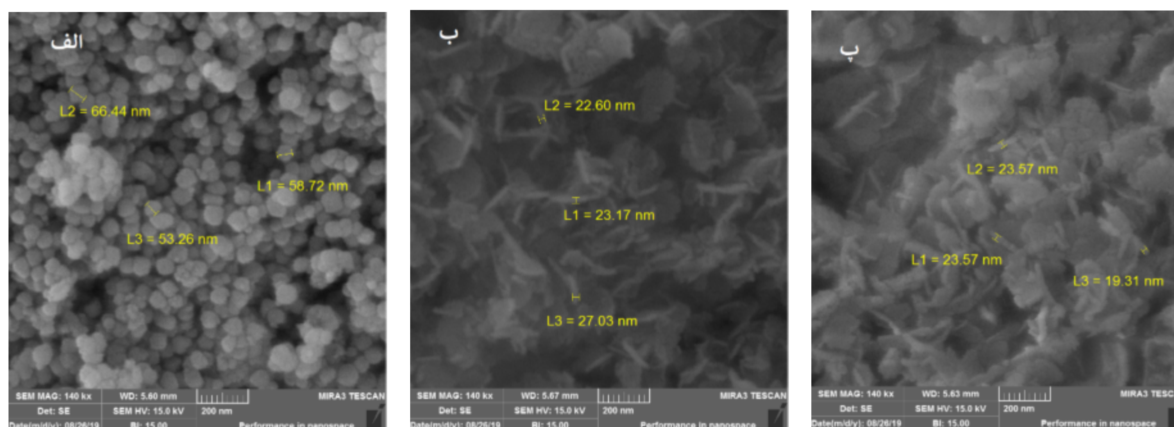
تصاویر FE-SEM

برای مشاهده شکل، اندازه و چگونگی قرارگیری ذرات در سطح نمونه از تصاویر FE-SEM استفاده شد. شکل ۱ تصاویر FE-SEM نمونه‌های تهیه شده را نشان می‌دهد. دیده می‌شود که نانوذرات سنتز شده با نسبت مولی NaOH به $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ۲ به ۱ (نمونه الف)، کروی شکل و با پراکندگی به نسبت خوبی هستند. متوسط اندازه ذرات در نمونه الف در گستره ۵۳ تا ۶۶ نانومتر است.

در نمونه‌های ب و پ افزون بر کاهش اندازه ذرات، شکل آنها تغییر کرده که از حالت کروی خارج شده و به صورت صفحه‌ای در آمده است. اندازه ذرات به طور متوسط در این دو نمونه به ترتیب در گستره ۲۷ – ۲۲ و ۲۳ – ۱۹ نانومتر است. چنان که در جدول ۱ آورده شده است، تغییر غلظت NaOH بر شکل و اندازه ذرات اثر داشته به طوری که با افزایش غلظت، اندازه متوسط بلورک‌ها کاهش یافته است. علت این تغییرات را می‌توان چنین بیان کرد که افزایش هیدروکسید سدیم باعث تغییر دمای ناگهانی در سیستم شده که در نتیجه سرعت فرایند هسته‌زایی افزایش یافته و سرانجام منجر به تشکیل ذرات کوچکتر می‌گردد [۲۰]. تنوع در شکل و اندازه متوسط نانوذرات اکسید کبالت نتیجه آثار الگو و مقدار NaOH مصرفی است. نتایج سنتز نانوذرات اکسید کبالت بر پایه مایع یونی N-اکتیل پیریدینیوم برمید در شرایط تقطیر و مقادیر متفاوت هیدروکسید سدیم با ویژگی‌های ریخت‌شناسی و میانگین اندازه بلورک‌ها در جدول ۱ آورده شده است.



طرح ۱ ساختار مایع یونی N- اکتیل پیریدینیوم برمید[Br] [OPy]



شکل ۱ تصاویر SEM نانوذرات اکسید کبالت تهیه شده با مایع یونی در غلظت‌های متفاوت NaOH الف) ۱ میلی مول، ب) ۲ میلی‌مول و پ) ۳ میلی‌مول.

جدول ۱ اثر غلظت NaOH بر شکل و اندازه میانگین بلورک‌های Co_3O_4.

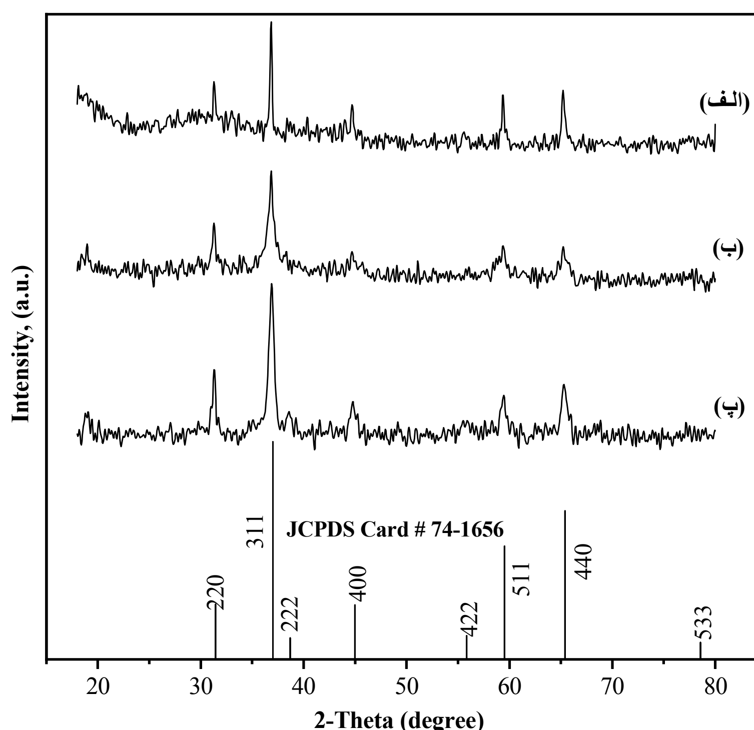
نمونه	نیترات کبالت (mmol)	NaOH (mmol)	نسبت	اندازه میانگین بلورک ها (nm)	شکل
الف	۰/۵	۱	۱:۲	۴۳	نانو ذره
ب	۰/۵	۲	۱:۴	۲۴	نانو صفحه
پ	۰/۵	۳	۱:۶	۱۷	نانو صفحه

الگوهای پراش پرتو ایکس (XRD)

شکل ۲ طیف XRD نمونه‌های اکسید کبالت تهیه شده به روش هم رسوبی را نشان می‌دهد. الگوی پراش پرتو ایکس همه نمونه‌های Co_3O_4 سنتز شده در شکل ۲ با نرم افزار X-Pert Plus با کارت استاندارد CPDS 74-1656 مقایسه و علامت گذاری شدند. در الگوی XRD نانو ذرات اکسید کبالت، قله‌های پراش در زاویه‌های 2θ برابر با ۳۲، ۳۷، ۳۸، ۴۵، ۵۵، ۵۹، ۶۵ و ۷۸ درجه به ترتیب بـــه صـــفحه‌های بلـــوری (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۲۲۲)، (۴۰۰)، (۴۲۲)، (۵۱۱)، (۴۴۰) و (۵۳۳) ساختار مکعبی رخ مرکزدار (FCC) اکسید کبالت مربوط می‌شوند. بررسی نتایج طیف‌های XRD به روشنی نشان می‌دهد که همه نمونه‌های تهیه شده تک فاز بوده و دارای ساختار اسپینل هستند و هیچ ناخالصی وجود ندارد. اندازه متوسط بلورک‌ها (D) براساس رابطه دبای - شرر و پهنای قله اصلی پراش (۳۱۱) در نصف شدت بیشینه، برآورد شد:

$$D=K\lambda/\beta\cos\theta \qquad (۱)$$

که λ طول موج پرتو ایکس، β پهنای قله پراشی در نیم شدت بیشینه آن (FWHM) و θ زاویه براگ آن قله و K یک ثابت است که 0.9 در نظر گرفته شد. از آنجاکه K به شکل، هندسه و توزیع بلورها بستگی دارد، مقدار دقیق آن مشخص نیست و از این رو مقادیر D به دست آمده تقریبی هستند. بر این اساس، میانگین اندازه بلورک‌ها در گستره ۱۷ تا ۴۳ نانومتر برآورد شد (جدول ۱).



شکل ۲ طیف‌های XRD نانوذرات اکسید کبالت تهیه شده با مایع یونی در غلظت‌های متفاوت NaOH الف) ۱ میلی مول، ب) ۲ میلی مول و پ) ۳ میلی مول.

طیف‌های تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR)

برای بررسی ساختار شیمیایی نانوذرات اکسید کبالت تهیه شده در مایع یونی بر پایه پیریدینیوم، از همه نمونه‌ها طیف FT-IR در گستره‌ی عدد موج ۴۰۰ تا $4000\ cm^{-1}$ گرفته شد. چنان که در شکل ۳ دیده می‌شود، دو نوار جذب قوی حدود $572\ cm^{-1}$ (υ_1) و $667\ cm^{-1}$ (υ_2) مربوط به ارتعاش‌های کششی پیوند Co-O (کبالت-اکسیژن) هستند و تشکیل اکسیدکبالت اسپینل را تایید می‌کنند. شدت این دو قله تقریباً یکسان است. نوار υ_1 مشخصه ی ارتعاش‌های CO^{3+} در حفره‌ی هشت‌وجهی بوده و نوار υ_2 به ارتعاش‌های CO^{2+} در حفره‌ی چاروجهی در شبکه‌ی اسپینلی مربوط است [۲۱]. قله پهن پیرامون $3400\ cm^{-1}$ و با شدت کم‌تر در $1018\ cm^{-1}$ مربوط به ارتعاش‌های کشسان بر هم‌کنشی در پیوندهای O-H مربوط به مولکول‌های آب جذب شده در سطح نمونه یا KBr است. قله حدود $2354\ cm^{-1}$ مربوط به CO_2 هوا است. در هیچ نمونه‌ای، قله‌ای که نشان دهنده ناخالصی ناشی از حضور مواد آلی باشد، دیده نشد. به این ترتیب، شکل گیری فاز اسپینلی CO_3O_4 در نمونه‌های ساخته شده تایید گردید.

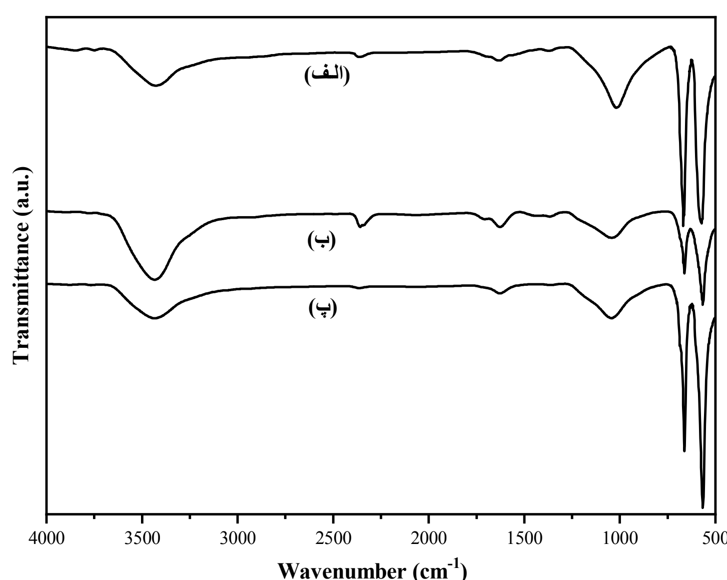
طیف جذب نوری

برای بررسی چگونگی اثر نوع ذرات بر طول موج بیشینه جذب پرتو فرابنفش (UV)، از طیف‌سنجی مرئی- فرابنفش (UV-Vis) استفاده شد. شکل ۴ طیف جذبی نانوذرات Co_3O_4 را در گستره‌ی طول موج ۳۰۰ -۱۰۰۰ نانومتر نشان می‌دهد. طیف‌ها در دمای اتاق و با دقت ۰/۵ نانومتر ثبت شدند. در نیمرساناها، ویژگی‌های نوری ارتباط مستقیمی با اندازه ذرات دارد، به طوری که مقدار جذب نوری نانو ذرات نیمرسانا با تغییر اندازه آن‌ها تغییر می‌کند. با کوچکتر شدن اندازه ذرات در یک نمونه، سطح ویژه آن افزایش یافته در نتیجه تعداد فوتون‌های بیشتری را جذب و شدت جذب کرده در آن بیشتر می‌شود. مقدار گاف نوار انرژی نیز همزمان با کاهش اندازه ذرات افزایش می‌یابد. مقدار گاف نوار انرژی (Eg) را می‌توان از رابطه زیر به دست آورد:

$$(\alpha h\upsilon)^n = A\ (h\upsilon - Eg) \qquad (۲)$$

در این رابطه، A یک مقدار ثابت و مقدار n برای نیمرساناهای با گاف نوار مستقیم برابر با ۲ است. α ضریب جذب، υ بسامد و h ثابت پلانک است. براساس این رابطه، نمودار $(\alpha h\upsilon)^2$ نسبت به $h\upsilon$ رسم شد و با محاسبه‌ی شیب آن مقدارگاف انرژی نمونه‌ها بدست آمد (شکل ۵).

چنان که در شکل ۴ دیده می‌شود، دو شکاف نوار نوری برای اکسید کبالت ظاهر شده است که می‌توانند به فرآیند انتقال بار O^{-2} به Co^{2+} و Co^{3+} نسبت داده شوند. مقدار جذب و انرژی شکاف نواری محاسبه شده برای نمونه‌های اکسید کبالت در جدول ۲ آورده شده است. دیده می‌شود که با افزایش مقدار NaOH مصرفی، اندازه ذرات کوچکتر و مقدار جذب افزایش می‌یابد. بنابراین با کوچکتر شدن اندازه نانو ذرات شکاف انرژی بین نوارهای رسانش و ظرفیت بیشتر می‌شود.

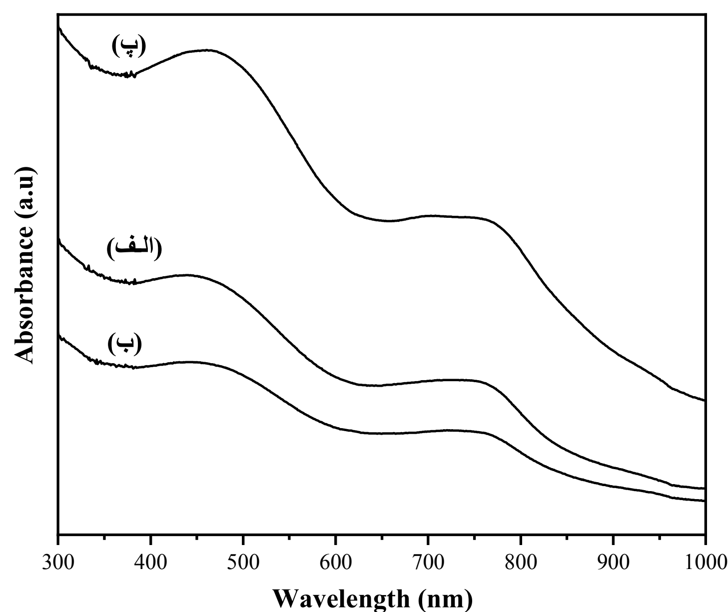


شکل ۳ طیف‌های FT-IR نانو ذرات اکسید کبالت تهیه شده با مایع یونی در غلظت‌های متفاوت NaOH الف) ۱ میلی مول، ب) ۲ میلی مول و پ) ۳ میلی مول.

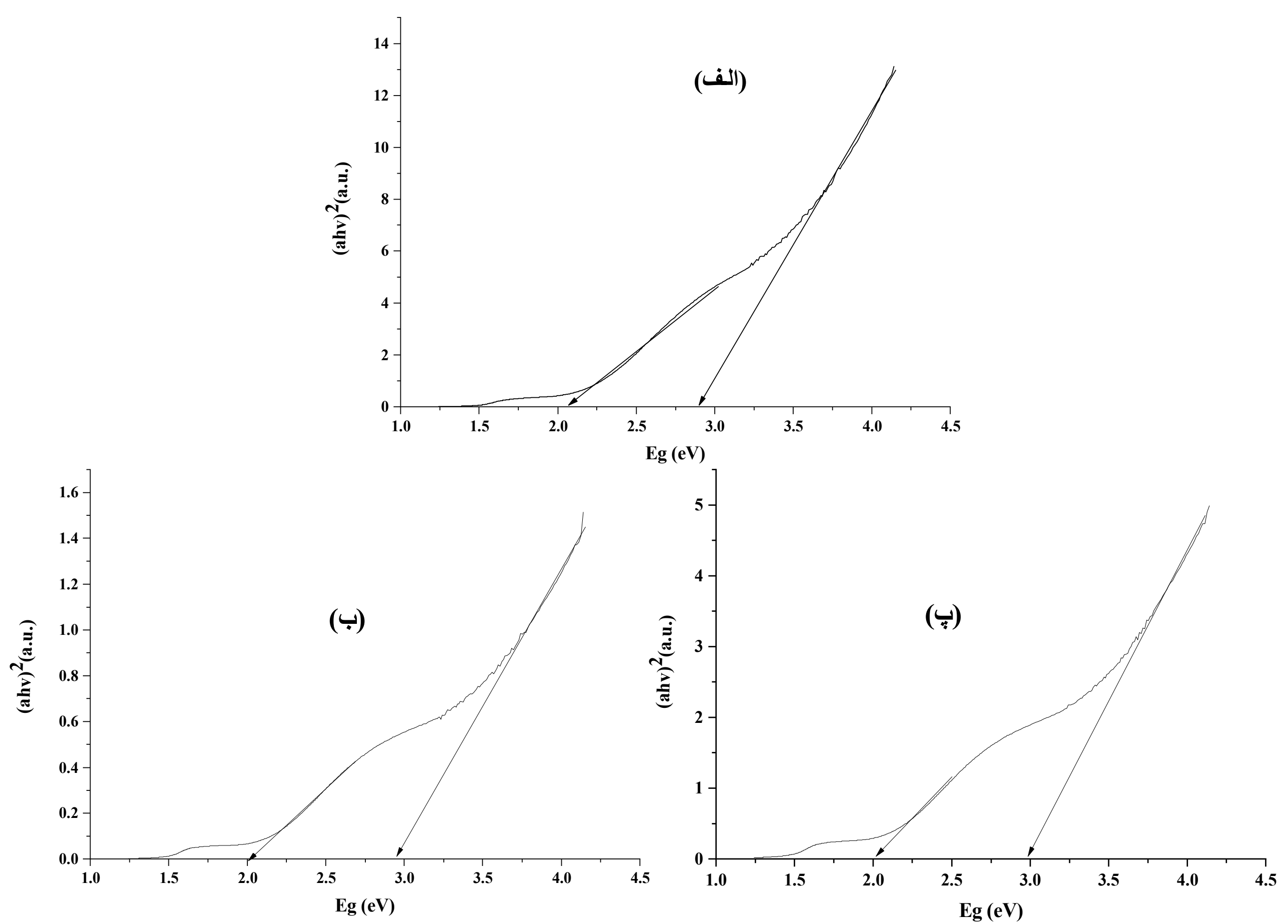
[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]
[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]

[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]

[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]



شکل۴ طیف‌های جذبی UV-Vis نانو ذرات اکسید کبالت تهیه شده با مایع یونی در غلظت های متفاوت NaOH الف) ۱ میلی مول، ب) ۲ میلی مول و پ) ۳ میلی مول.



شکل ۵ نمودار تاک برای نانو ذرات اکسید کبالت تهیه شده با مایع یونی در غلظت‌های متفاوت NaOH الف) ۱ میلی مول، ب) ۲ میلی مول و پ) ۳ میلی مول.

چنان که در جدول ۲ و شکل ۵ دیده می‌شود، براساس دو قله جذب، دو مقدار Eg برای هر نمونه به دست می‌آید. نمونه پ با کوچکترین اندازه بلورک‌ها دارای بالاترین انرژی شکاف نواری (۳/۰۱ الکترون ولت) است.

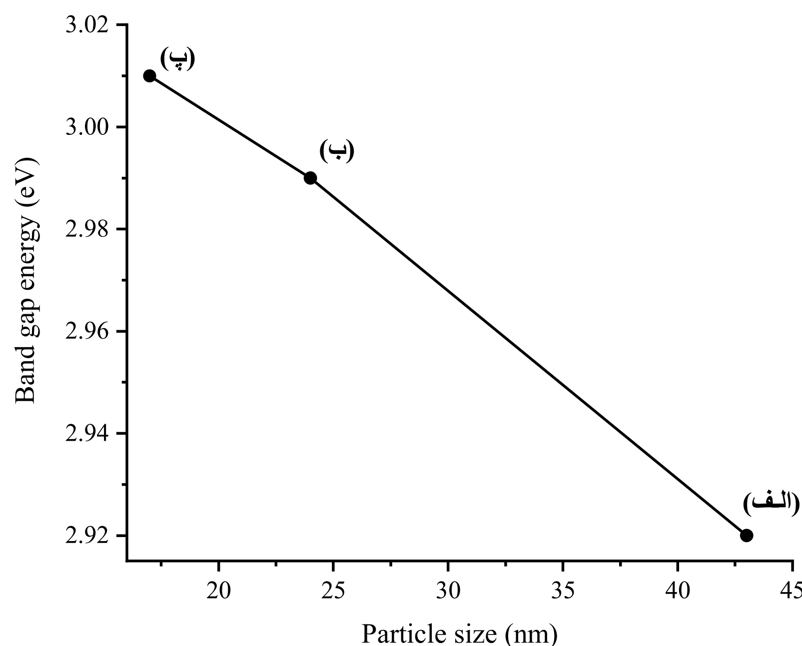
شکل ۶ شکاف نواری همه نمونه‌های سنتز شده اکسید کبالت با مقادیر NaOH متفاوت بر پایه مایع یونی N-اکتیل پیریدینیوم برمید را به صورت تابعی از اندازه ذرات نشان می-دهد. دیده می‌شود که نمونه پ با کوچکترین اندازه بلورک‌ها دارای بیشترین مقدار انرژی شکاف نواری (۳/۰۱ الکترون ولت) و نمونه الف با بزرگترین اندازه بلورک‌ها دارای کمترین مقدار انرژی شکاف‌نواری (۲/۹۲ الکترون ولت) است. افزایش انرژی شکاف نواری نانوذرات Co_3O_4 را می‌توان به آثار محصور شدن کوانتومی نانومواد مربوط دانست. به نظر می‌رسد که مایع‌های یونی ممکن است با تغییر اندازه و شکل ذرات بر انرژی شکاف نواری اثر بگذارند [۲۲].

حلقه‌های پسماند مغناطیسی

برای بررسی ویژگی‌های مغناطیسی نمونه‌های تهیه شده حلقه پسماند آنها از مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM). در دمای اتاق در میدان‌های ۱۰۰۰۰- تا Oe ۱۰۰۰۰+ ثبت شد (شکل ۷). نتایج اندازه‌گیری ویژگی‌های مغناطیسی نمونه‌های با غلظت‌های مختلف NaOH در جدول ۳ آورده شده است. منحنی مغناطیسی همه نمونه‌ها ماهیت فرومغناطیسی نرم نانو ذرات اکسید کبالت را نشان می‌دهد. مقدار مغناطش اشباع نمونه‌ها با کاهش اندازه ذرات کاهش یافته است. شکل، بلورینگی، راستای مغناطیسی و سایر ویژگی‌های نانو مواد اثر قابل توجهی بر ویژگی‌های مغناطیسی آنها دارند [۲۳].

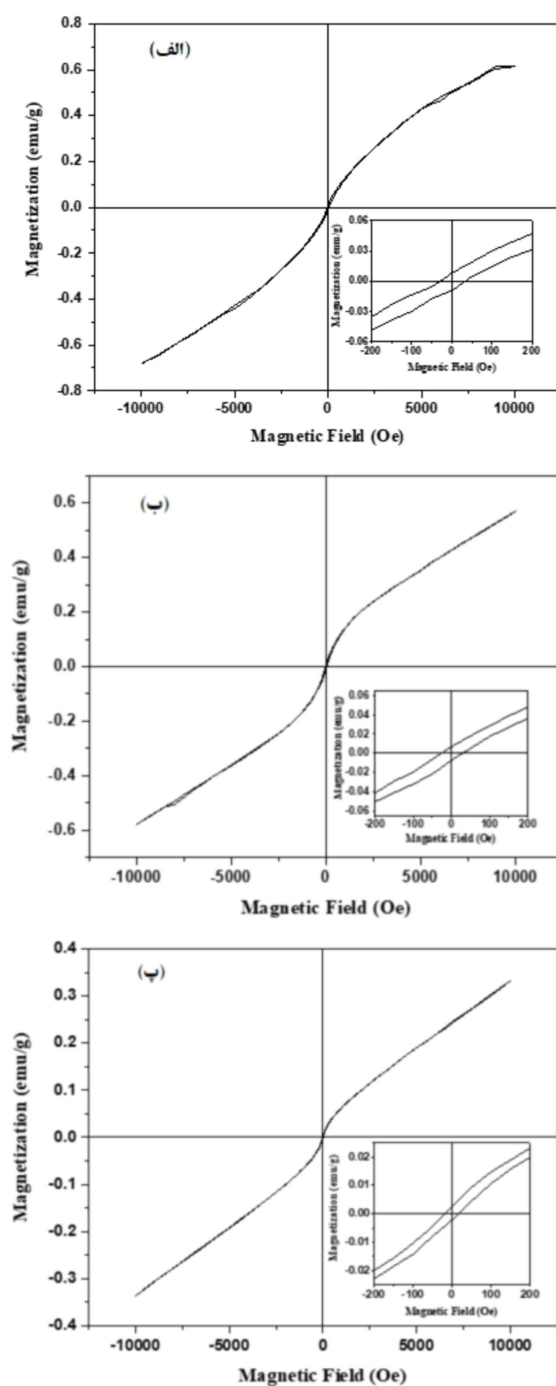
جدول۲ مقدار جذب و انرژی شکاف نواری نانوساختارهای Co_3O_4 .

نمونه	لبه جذب ۱ (nm) O^{2-} به Co^{2+}	لبه جذب ۲ (nm) O^{2-} به Co^{3+}	انرژی شکاف نواری (eV)	
			Eg_1	Eg_2
الف	۴۴۰	۷۲۴	۲/۹۲	۱/۹۹
ب	۴۴۶	۷۲۱	۲/۹۹	۱/۹۶
پ	۴۶۰	۷۰۸	۳/۰۱	۱/۸۷



شکل۶ نمودار انرژی شکاف نواری نمونه‌های نانو اکسید کبالت نسبت به اندازه ذرات.

[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]
[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]



شکل ۷ منحنی پسماند مغناطیسی نمونه‌ای نانو اکسید کبالت در دمای اتاق.

جدول۳ مغناطش اشباع، (Ms) مغناطش مانده (Mr) و میدان وادارندگی (Hc) تمام نانوساختارهای Co_3O_4.

نمونه	مغناطش اشباع (emu/g)	پسماند مغناطیسی (emu/g)	میدان وادارندگی (Oe)
الف	۰٫۶۱۴	۰٫۰۰۸۱	۲۹٫۷۶
ب	۰٫۵۷۰	۰٫۰۰۶۸	۲۵٫۹۸
پ	۰٫۳۳۲	۰٫۰۰۲۷	۱۸٫۵۵

[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]
[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]

برداشت

به طور خلاصه، فاز اسپینل نانوذرات اکسید کبالت با موفقیت با روش تقطیر سنتز و اثر غلظت NaOH به عنوان عامل رسوب دهنده با نسبت‌های مولی ۲، ۴ و ۶ به نیترات کبالت بر ویژگی-های ساختاری، مغناطیسی و نوری آن‌ها بررسی شد. در این پژوهش، از مایع یونی N-اکتیل پیریدینیوم برمید به عنوان الگو استفاده شد. تصاویر FE-SEM نشان داد که نمونه‌های تهیه شده با نسبت‌های ۴ و ۶ نانوصفحه هستند. اندازه میانگین بلورک‌ها بر اساس داده‌های پراش پرتو ایکس در گستره ۱۷ تا ۴۳ نانومتر محاسبه شد. نتایج بیانگر اثر معکوس غلظت NaOH بر اندازه ذرات و در نتیجه بر ویژگی‌های نوری نانوذرات اکسید کبالت است. نتایج اندازه‌گیری‌های نوری تغییر رنگ آبی نوار با استفاده از مایع یونی را نشان می‌دهد. افزون بر این، رفتار فرومغناطیسی نانوذرات اکسید کبالت در اندازه‌گیری حلقه پسماند مغناطیسی تأیید شد. بنابراین، این پژوهش نشان می‌دهد که این روش در تهیه نانوذرات با اثر معکوس NaOH، به ویژه در اندازه خود، ممکن است در دستگاه‌های نانوالکترونیکی، سیستم‌های الکتروشیمیایی، حسگرها و آشکارسازهای UV، سنسورهای گاز، مواد مغناطیسی، باتری-های یونی – لیتیوم و غیره داشته باشد.

قدردانی

از امکانات آزمایشگاهی ارائه شده توسط دانشگاه آزاد اسلامی، واحد اهواز قدردانی می‌شود.

مراجع

[1] Yang L., Weiwei Z., Xiaogang Z.,"*Soft template synthesis of mesoporous* Co_3O_4/RuO_2*•x*H_2O *composites for electrochemical capacitors*". *Electrochimica Acta* 53 (2008) 3296-304.

[2] Park J., Shen X., Wang G.,"*Solvothermal synthesis and gas-sensing performance of* Co_3O_4 *hollow nanospheres*". *Sensors and Actuators B: Chemical* 136 (2009) 494-8.

[3] Xiaowei X., Yong L., Zhi-Quan L., Masatake H., Wenjie S.,"*Low-temperature oxidation of CO catalyzed by* Co_3O_4 *nanorods*". *Nature* 458 (2009) 746–9.

[4] Farhadi S., Pourzare K., Sadeghinejad S.,"*Simple preparation of ferromagnetic* Co_3O_4 *nanoparticles by thermal dissociation of the*$[Co^{II}(NH_3)_6](NO_3)_2$ *complex at low temperature*". *Journal of Nanostructure in Chemistry* 3 (2013) 1-7.

[5] Palani S., Arumugam S.,"*Nano* Co_3O_4 *as Anode Material for Li-Ion and Na-Ion Batteries: An Insight into Surface Morphology* ". *ChemistrySelect* 3 (2018) 5040-9.

[6] Janiak C.,"*Inorganic materials synthesis in ionic liquids*". *AIMS Materials Science* 1 (2014) 41- 4.

[7] Rabieh S., Bagheri M.,"*Effect of ionic liquid [C4mim]Cl on morphology of nanosized-zinc oxide*". *Materials Letters* 122 (2014) 190-2.

[8] Sabbaghan M., Sofalgar P., Zarinejad M.,"*Ionic liquid-based controllable synthesis of MgO nanostructures for high specific surface area*". *Ceramics International* 46 (2020) 6940-4.

[9] Al-Qirby L.M., Radiman S., Siong C.W., Ali A.M.,"*Sonochemical synthesis and characterization of Co3O4 nanocrystals in the presence of the ionic liquid [EMIM]*$[BF_4]$". *Ultrasonics Sonochemistry* 38 (2017) 640–51.

[10] Liu X., Duan X., Qin Q., Wang Q., Zheng W.,"*Ionic liquid-assisted solvothermal synthesis of oriented self-assembled Fe3O4 nanoparticles into monodisperse nanoflakes*". *Crystal engineering communication* 15 (2013) 3284–7.

[11] Barzegar M., Habibi-Yangjeh A., Behboudnia M.,"*Template-free preparation and characterization of nanocrystalline ZnO in aqueous solution of [EMIM][Et* SO_4*] as a low-cost ionic liquid using ultrasonic irradiation and photocatalytic activity*". *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 70 (2009) 1353–8.

[12] Janiak C.,"*Ionic Liquids for the Synthesis and Stabilization of Metal Nanoparticles*". *Zeitschrift fuer Naturforschung B* 68b (2013) 1059 – 89.

[13] Kanie K., Tsujikawa Y., Muramatsu A.,"*Direct Hydrothermal Synthesis of Size-Controlled* Co_3O_4 *Nanocubes under Highly Condensed Conditions*". *Materials Transactions* 58 (2017) 1014-9.

[14] VILJOEN E.L., THABEDE P.M., MOLOTO M.J., MUBIAYI K.P., DIKIZA B.W.,"*The influence of sodium hydroxide concentration on the phase, morphology, and agglomeration of cobalt oxide nanoparticles and application as Fenton catalyst.*". *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures* 14 (2019) 1131-7.

[15] KOUTU V., SHASTRI L., MALIK M.M.,"*Effect of NaOH concentration on optical properties of zinc oxide nanoparticles*". *Materials Science-Poland* 34 (2016) 819-27.

[16] Meenatchi B., Sathiya Lakshmi V., Manikandan A., Renuga V., Sharmila A., Nandhine Deve K.R.,"*Protic ionic liquid assisted*

[20] Mullin J.W. Crystallization. London: Elsevier; 2001.

[21] Salavati Niasari M., Mir N., Davar F.,"*Synthesis and characterization of Co_3O_4 nanorods by thermal decomposition of cobalt oxalate*". *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 70 (2009) 847-52.

[22] Shahvelayati A.S., Sabbaghan M., Bashtani S.E.,"*Imidazolium-based Ionic liquids on Morphology and Optical Properties of ZnO Nanostructures*". *International Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 11 (2015) 123-31.

[23] Bhatta A.S., Bhata D.K., Taib C.-w., Sridhar S.M.,"*Microwave-assisted synthesis and magnetic studies of cobalt oxide nanoparticles*". *Materials Chemistry and Physics* 125 (2011) 347–50.

synthesis and characterization of ferromagnetic cobalt oxide nanocatalyst". *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials* 27 (2017) 446–54.

[17] Ozkaya T., Baykal A., Toprak M.S., Koseog˘lu Y., Durmus Z.,"*Reflux synthesis of Co_3O_4 nanoparticles and its magnetic characterization*". *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 321 (2009) 2145–9.

[18] Lingna S., Huifeng L., Ling R., Changwen H.,"*Synthesis of Co_3O_4 nanostructures using a solvothermal approach*". *Solid-State Sciences* 11 (2009) 108-12.

[19] Sabbaghan M., Shahvelayati A.S., Madankar K.,"*CuO nanostructures: Optical properties and morphology control by pyridinium-based ionic liquids*". *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 135 (2015) 662-8.

[DOR: 20.1001.1.17263689.1401.30.2.9.5]

[DOI: 10.52547/ijcm.30.2.327]